

# JIS

## プラスチックの転移温度測定方法

JIS K 7121-1987

昭和 62 年 10 月 1 日 制定

日本工業標準調査会 審議

(日本規格協会 発行)

BEST AVAILABLE COPY

JIS  
K 7121

JAPANESE INDUSTRIAL STANDARD

# Testing Methods for Transition Temperatures of Plastics

JIS K 7121 -1987

Established 1987-10-01

Investigated by

Japanese Industrial Standards Committee

---

Published by

Japanese Standards Association

1-24, Akasaka 4-chome, Minato-ku

Tokyo, 107 JAPAN

Printed in Japan

Price ¥ 450 \*

## プラスチックの転移温度測定方法 K 7121-1987

## Testing Methods for Transition Temperatures of Plastics

1. 適用範囲 この規格は、プラスチックの転移温度（融解温度、結晶化温度及びガラス転移温度）を測定する方法について規定する。

備考 この方法は、プラスチックの結晶・結晶転移温度、液晶を形成するプラスチックの各種転移温度の測定にも準用できる。

2. 用語の意味 この規格で用いる主な用語の意味は、JIS K 6900（プラスチック用語）によるほか、次による。

(1) 示差熱分析 (DTA) 試験片及び基準物質の温度を、調整されたプログラムに従って変化させながら、その試験片と基準物質との間の温度差を、温度の関数として測定する方法。

なお、基準物質は、空の容器又は $\alpha$  アルミナを入れた容器である。

(2) DTA 曲線 縦軸に温度差、横軸に温度又は時間を取り、示差熱分析において描かれる曲線。

(3) 示差走査熱量測定 (DSC) 次の二つの測定方法の総称。

(a) 入力補償示差走査熱量測定 (入力補償 DSC) 試験片及び基準物質の温度を、調整されたプログラムに従って変化させながら、その試験片及び基準物質の温度が等しくなるように、両者に加えた単位時間当たりの熱エネルギーの入力の差を温度の関数として測定する方法。

(b) 熱流束示差走査熱量測定 (熱流束 DSC) 試験片及び基準物質の温度を、調整されたプログラムに従って変化させながら、その試験片と基準物質との間の温度差を、温度の関数として測定する方法。

このとき、試験片と基準物質との温度差が単位時間当たりの熱エネルギーの入力の差に比例している。

(4) DSC 曲線 縦軸に試験片と基準物質の温度が等しくなるように両者に加えた単位時間当たりの熱エネルギーの入力の差を、横軸に温度又は時間を取り、示差走査熱量測定において描かれる曲線。

(5) ベースライン 試験片に転移及び反応を生じない温度領域の DTA 曲線又は DSC 曲線。

備考 一般の場合、その曲率は、空の容器を入れて測定したときに得られる DTA 曲線又は DSC 曲線の曲率にほぼ等しい。狭い温度領域では直線とみなせる場合もある。

(6) ピーク DTA 曲線又は DSC 曲線において、曲線がベースラインから離れてから再度ベースラインに戻るまでの部分。

(7) 階段状変化 DTA 曲線又は DSC 曲線において、曲線がそれまでのベースラインから離れ新しいベースラインに移行するまでの部分。

備考 転移及び反応が生じている部分の DTA 曲線又は DSC 曲線は、ピーク、階段状変化及びこれらの組み合わせを示す。

(8) ピーク高さ 内挿されたベースラインとピークの頂点の間の横軸に垂直な距離。

引用規格: JIS K 6900 プラスチック用語

JIS K 7100 プラスチックの状態調節及び試験場所の標準状態

JIS Z 8401 数値の丸め方

対応国際規格: ISO 3146 Plastics—Determination of melting behaviour (melting temperature or melting range) of semi-crystalline polymers

関連規格: ASTM D 3418-82 Standard Test Method for Transition Temperatures of Polymers by Thermal Analysis

K 7121-1987

3. 試験片の状態調節 試験片の状態調節は、測定方法によって次の3種類に分ける。

- (1) 標準状態で調整し転移温度を測定する場合 試験片は、原則として試験前に JIS K 7100 (プラスチックの状態調節及び試験場所の標準状態) の標準温度状態 2 級及び標準湿度状態 2 級 (温度  $23 \pm 2^\circ\text{C}$  及び相対湿度  $50 \pm 5\%$ ) において 24 時間以上状態調節する。ただし、当事者間の協定する方法によって状態調節することができる。
- (2) 一定の熱処理を行った後、融解温度を測定する場合 (1) の状態調節後、試験片を DSC 又は DTA 装置の容器に入れ、融解ピーク終了時より約  $30^\circ\text{C}$  高い温度まで加熱溶解させ、その温度に 10 分間保った後、出現する転移ピークより少なくとも約  $50^\circ\text{C}$  低い温度まで冷却速度毎分  $5^\circ\text{C}$  又は毎分  $10^\circ\text{C}$  で冷却する (8.6 参照)。
- (3) 一定の熱処理を行った後、ガラス転移温度を測定する場合 (1) の状態調節後、試験片を DSC 又は DTA 装置の容器に入れ、非結晶性の場合にはガラス転移終了時より少なくとも約  $30^\circ\text{C}$  高い温度まで、結晶性の場合には融解ピーク終了時より少なくとも約  $30^\circ\text{C}$  高い温度まで加熱し、それぞれの温度に 10 分間保った後、ガラス転移温度より約  $50^\circ\text{C}$  低い温度まで急冷する (8.6 参照)。

4. 試験方法 試験方法は、次のいずれかによる。

4.1 示差熱分析 (DTA)

4.2 示差走査熱量測定 (DSC)

- (1) 入力補償示差走査熱量測定 (入力補償 DSC)
- (2) 熱流束示差走査熱量測定 (熱流束 DSC)

5. 装置及び器具

5.1 DTA 又は DSC 装置 二つの容器ホルダーをもち、そのホルダーの熱容量が同等で、かつ同一な熱交換条件で加熱・冷却が可能である構造であること。入力補償 DSC の場合は、試験片及び基準物質の温度が等しくなるように基準物質と試験片とに加えた単位時間当たりの熱エネルギーの差が測定できるように構成されていること。熱流束 DSC は、試験片及び基準物質の温度差が単位時間当たりの熱エネルギーの入力の差に比例するように構成されていること。

- (1) 加熱速度 加熱速度は、毎分  $10^\circ\text{C}$  及び毎分  $20^\circ\text{C}$  で昇温でき、その精度は、毎分  $\pm 0.5^\circ\text{C}$  以内であること。
  - (2) 冷却速度 冷却速度は、毎分  $5^\circ\text{C}$  又は毎分  $10^\circ\text{C}$  で冷却できること。
  - (3) ガス流入装置 ガス流入装置は、試験片の周りをガスが流入できる構造であること。
  - (4) 容器 容器は、試験片によって侵されることがない熱伝導率の高い材料であること。
  - (5) 記録装置 DTA 曲線 又は DSC 曲線を自動記録できること。
  - (6) ノイズレベル ノイズレベルは、ピーク高さ 又は 階段状変化の高さの  $\frac{1}{10}$  以下であること。
- 5.2 器具 器具は、次による。

- (1) ガス流量計 ガス流量計は、毎分  $10 \sim 50 \text{ ml}$  の範囲を測定できるもの。
- (2) 化学天びん 化学天びんは、感量  $0.1 \text{ mg}$  以上のもの。

6. 試験片 試験片は、試験片の直径 又は 各辺の長さが  $0.5 \text{ mm}$  以下の場合にはそのまま使用する。 $0.5 \text{ mm}$  を超えるものについては  $0.5 \text{ mm}$  以下に切断する。厚さが  $0.5 \text{ mm}$  以下のシート及びフィルムは、容器に合わせて無理なく入るように切断する。成形物及びペレットのように薄く切れるものは、厚さ  $0.5 \text{ mm}$  以下に薄く切り、容器に合わせて無理なく入るように切断する。

7. 温度の校正 温度の校正は、実際の試験の場合と同じガス流量及び加熱速度で純度 99.99% 以上の表に示す純物質 又は 国際熱分析連合 (ICTA) - 米国国立標準局 (NBS) の標準物質 GM-754, 757, 758 によって行う。求めようとする温度に近い 2 種類以上の純物質 又は 標準物質の補外転移開始温度を用いて内挿法によって温度目盛を校正

する。純物質は、表面の酸化層を落として使用する。容器がアルミニウムで純物質に亜鉛を用いるときは、熔融時に合金となるおそれがあるので第1回の加熱昇温時の値だけを用いる。

表 純物質の融点

純物質名	融点℃
インジウム	156.4
すず	231.9
鉛	327.4
亜鉛	419.5

8. 操作 操作は、次のとおり行う。

8.1 試験片の質量 試験片の質量は、融解及び結晶化温度の測定の場合は化学天秤で約5 mg、ガラス転移温度の場合は約10 mgを採り0.1 mgまで量る。

なお、試験片が多量の充てん剤を含む場合には、そのプラスチックの量が5～10 mgになるようにする。

8.2 試験片の容器への詰め方 試験片の容器への詰め方は、次によって行う。

- (1) 試験片の直径又は各辺の長さが0.5 mm以下の場合には、容器に平らにかつ均一に入れ、容器のふたを載せ固定する。このとき容器の底が平らになっていない場合は、ふたの中央部を押し、容器の底が平らになるようにする。
- (2) シート及びフィルム状の場合には、必要量を容器に敷き込み、容器のふたを載せ固定する。このとき容器の底が平らになっていない場合には、ふたの中央部を押し、容器の底が平らになるようにする。
- (3) 薄く切った試験片で容器に合う大きさの場合には、シート及びフィルムと同様の方法による。

また、容器に対して試験片が小さい場合には、すきまがないよう平らに敷き詰める。

備考 これらの操作は、試験片相互、試験片と容器及び容器と容器ホルダーとの熱接触をよくするために重要である。

8.3 容器の装着 容器の装着は、次によって行う。一方の容器ホルダーに試験片を詰めた容器を装着する。他方の容器ホルダーにはふたを固定した容器を装着する。ただし、試験片の量を多く必要とする場合には、一方の容器に $\alpha$ -アルミナ粉を試験片と同じ見掛けの体積だけ詰めることができる。

8.4 窒素ガスの流量 窒素ガスの流量は、毎分10～50 mlの範囲の適切な値に設定し、流量を変えることなく試験終了まで流入を続ける。

8.5 感度の調整 感度の調整は、DTA及びDSC曲線の全体が描かれ、かつ融解及び結晶化温度測定の場合には、ピーク高さが記録紙のフルスケールの25%以上になるようにする。

ガラス転移温度測定の場合には、階段状の変化の縦軸方向の差が記録紙のフルスケールの少なくとも10%以上になるように調整する。

8.6 DTA又はDSC曲線の測定 DTA又はDSC曲線の測定は、次によって行う。

- (1) 融解温度を求める場合には、あらかじめ融解温度より約100℃低い温度で装置が安定するまで保持した後、加熱速度毎分10℃で融解ピーク終了時より約30℃高い温度まで加熱し、DTA又はDSC曲線を描かせる。

また、3.(2)による状態調節後融解温度を求める場合には、状態調節後直ちに装置を安定させ加熱速度毎分10℃で融解ピーク終了時より約30℃高い温度まで加熱し、DTA又はDSC曲線を描かせる。

- (2) 結晶化温度を求める場合には、(1)の操作において融解ピーク終了時より約30℃高い温度まで加熱し、この温度に10分間保った後、冷却速度毎分5℃又は毎分10℃で結晶化ピーク終了時より約50℃低い温度まで冷却し、DTA又はDSC曲線を描かせる。

なお、結晶化が徐々に続き結晶化ピークの低温側のベースラインを決定しにくい場合は、試験を打ち切ることもできる。

- (3) ガラス転移温度を求める場合には、あらかじめ転移温度より約  $50^{\circ}\text{C}$  低い温度で装置が安定するまで保持した後、加熱速度 毎分  $20^{\circ}\text{C}$  で転移終了時よりも約  $30^{\circ}\text{C}$  高い温度まで加熱し、DTA 又は DSC 曲線を描かせる。

また、3.(3) による状態調節後ガラス転移温度を求める場合は、状態調節後、直ちにこの操作を行う。

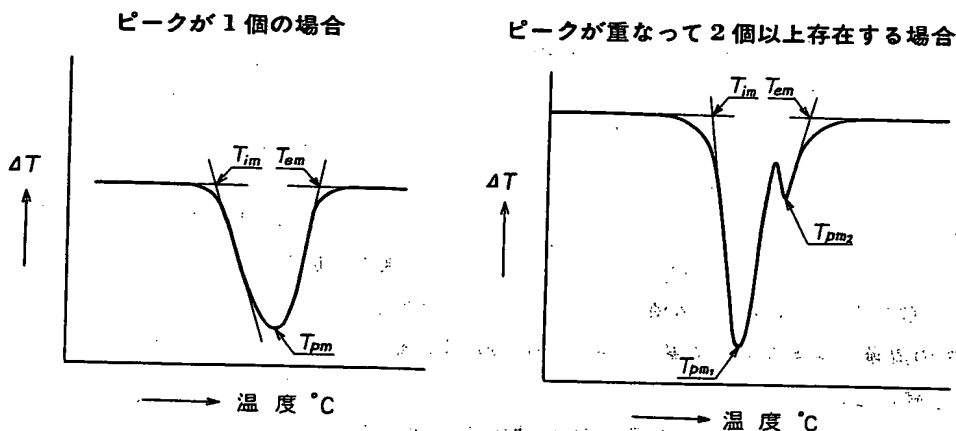
## 9. DTA 又は DSC 曲線の読み方 DTA 又は DSC 曲線の読み方は、次によって行う。

### 9.1 融解温度の求め方 (図 1 参照) 融解温度の求め方は、次による。

- (1) 融解ピーク温度 ( $T_{pm}$ ) は、融解ピークの頂点の温度とする。
- (2) 補外融解開始温度 ( $T_{im}$ ) は、低温側のベースラインを高温側に延長した直線と、融解ピークの低温側の曲線にこう配が最大になる点で引いた接線の交点の温度とする。
- (3) 補外融解終了温度 ( $T_{em}$ ) は、高温側のベースラインを低温側に延長した直線と、融解ピークの高温側の曲線にこう配が最大になる点で引いた接線の交点の温度とする。融解ピークが 2 個以上独立して現れる場合にはそれぞれのピークについて  $T_{pm}$ ,  $T_{im}$  及び  $T_{em}$  を求める。また、ピークが重なって 2 個以上存在する場合には、 $T_{im}$ , 複数の  $T_{pm}$  及び  $T_{em}$  を求める。

なお、融解が徐々に起こり融解ピークの低温側のベースラインを決定しにくい場合には  $T_{im}$  を求めなくてもよい。

図 1 融解温度の求め方の例



### 9.2 結晶化温度の求め方 (図 2 参照) 結晶化温度の求め方は、次による。

- (1) 結晶化ピーク温度 ( $T_{pc}$ ) は、結晶化ピークの頂点の温度とする。
- (2) 補外結晶化開始温度 ( $T_{ic}$ ) は、高温側のベースラインを低温側に延長した直線と、結晶化ピークの高温側の曲線にこう配が最大になる点で引いた接線の交点の温度とする。
- (3) 補外結晶化終了温度 ( $T_{ec}$ ) は、低温側のベースラインを高温側に延長した直線と、結晶化ピークの低温側の曲線にこう配が最大となる点で引いた接線の交点の温度とする。

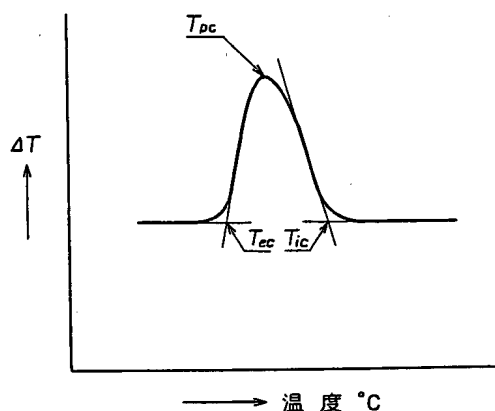
結晶化ピークが 2 個以上独立して現れる場合には、それぞれのピークについて  $T_{pc}$ ,  $T_{ic}$  及び  $T_{ec}$  を求める。

また、ピークが重なって 2 個以上存在する場合には  $T_{ic}$ , 複数の  $T_{pc}$  及び  $T_{ec}$  を求める。

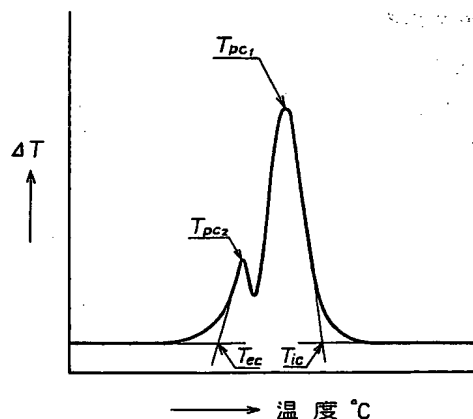
なお、結晶化が徐々に続き、結晶化ピークの低温側のベースラインを決定しにくい場合は、 $T_{ec}$  を求めなくてもよい。

図 2 結晶化温度の求め方の例

ピークが1個の場合



ピークが重なって2個以上存在する場合



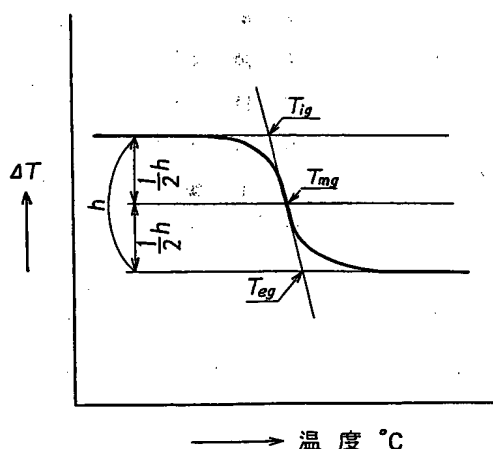
## 9.3 ガラス転移温度の求め方 (図3 参照) ガラス転移温度の求め方は、次による。

- (1) 中間点ガラス転移温度 ( $T_{mg}$ ) は、各ベースラインの延長した直線から縦軸方向に等距離にある直線と、ガラス転移の階段状変化部分の曲線とが交わる点の温度とする。
- (2) 補外ガラス転移開始温度 ( $T_{ig}$ ) は、低温側のベースラインを高温側に延長した直線と、ガラス転移の階段状変化部分の曲線のこう配が最大になるような点で引いた接線との交点の温度とする。
- (3) 補外ガラス転移終了温度 ( $T_{eg}$ ) は、高温側のベースラインを低温側に延長した直線と、ガラス転移の階段状変化部分の曲線のこう配が最大になるような点で引いた接線との交点の温度とする。

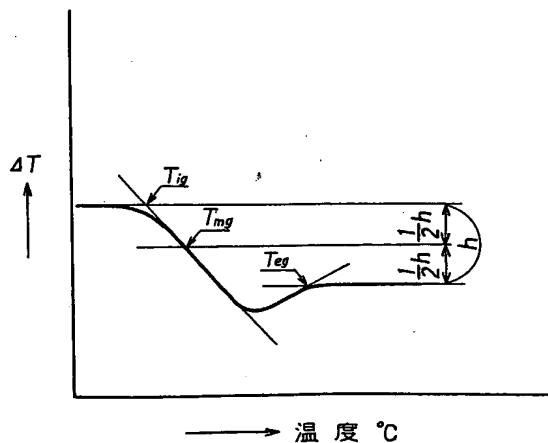
なお、階段状変化の高温側にピークが現れる場合の補外ガラス転移終了温度 ( $T_{eg}$ ) は、高温側のベースラインを低温側に延長した直線と、ピークの高温側の曲線にこう配が最大になるような点で引いた接線との交点の温度とする。

図 3 ガラス転移温度の決め方の例

階段状変化の場合



階段状変化の高温側にピークが現れる場合



10. 数値の丸め方 温度は小数点以下1けたまで求めて JIS Z 8401 (数値の丸め方) に定める方法によって丸める。

11. 報告 報告には、必要に応じて次の事項を記入する。

- (1) 試験した材料の種類
- (2) 試験機の製造業者名 及び 形式

- (3) 試験片の形状, 大きさ 及び 質量
- (4) 試験片の状態調節
- (5) 窒素ガスの流入速度
- (6) 加熱速度, 冷却速度, 測定開始温度 及び 終了温度
- (7) 温度の校正に用いた純物質 又は 標準物質
- (8) 融解温度 ( $T_{im}$ ,  $T_{pm}$ ,  $T_{em}$ )
- (9) 結晶化温度 ( $T_{ic}$ ,  $T_{pc}$ ,  $T_{ec}$ )
- (10) ガラス転移温度 ( $T_{ig}$ ,  $T_{mg}$ ,  $T_{eg}$ )
- (11) 試験年月日
- (12) その他必要とする事項



# プラスチックの転移温度測定方法 解説

**規格制定の経緯 及び 審議経過** プラスチック関連の熱的特性に対する試験方法については、標準化が遅れており、これを評価するための試験方法の規格化の要望が強い。

このような情勢を背景に、昭和 61 年度に工業技術院から財団法人 高分子素材センターに対してプラスチックの熱的特性試験方法についての工業標準原案作成委託が行われ、同センター内に原案作成委員会が設置され、同委員会において 4 件の日本工業規格 (案) がとりまとめられた。

これらの日本工業規格 (案) について日本工業標準調査会の審議に付され、昭和 62 年 6 月に開催された日本工業標準調査会 高分子部会 (部会長 山口章三郎) の議決を経た後、昭和 62 年 10 月 1 日付けで、次の 4 件が日本工業規格として制定された。

JIS K 7120 (プラスチックの熱重量測定方法)

JIS K 7121 (プラスチックの転移温度測定方法)

JIS K 7122 (プラスチックの転移熱測定方法)

JIS K 7123 (プラスチックの比熱容量測定方法)

## 原案作成委員会 構成表

氏 名	所 属
(委員長) 金 綱 久 明	工業技術院繊維高分子材料研究所
宮 崎 正 浩	通商産業省基礎産業局
池 田 喜 好	工業技術院標準部
畠 山 立 子	工業技術院繊維高分子材料研究所
高 橋 高 子	工業技術院大阪工業技術試験所
小 澤 丈 夫	工業技術院電子技術総合研究所
柴 崎 芳 夫	埼玉大学理学部
中 村 邦 雄	神奈川県工業試験所
中 村 茂 夫	神奈川大学工学部
金 子 剛	財団法人日本電気用品試験所
市 原 祥 次	三菱油化株式会社
桃 田 道 彦	理学電機株式会社
十 時 稔	株式会社東レリサーチセンター
佐 藤 一 太	鐘淵化学工業株式会社
河 崎 洋 徳	徳山曹達株式会社
渡 辺 修 三	東洋曹達工業株式会社
今 村 重 祥	三菱樹脂株式会社
寺 本 芳 彦	セイコー電子工業株式会社
沖 野 孝 之	株式会社島津製作所
岸 証	真空理工株式会社
塚 野 隆 (樋口秀臣)	財団法人高分子素材センター

この規格を適用するに当たって補足すべき事項を次に示す (各箇条番号等は規格本体と同じ)。

1. 適用範囲 この規格にはプラスチックの転移温度測定方法として、融解温度、結晶化温度及びガラス転移温度を求める方法を規定している。しかし、ここで記述している方法は、他の転移温度、すなわち、結晶・結晶転移温度や、液晶を形成するプラスチックの結晶から液晶（異方性融液）、液晶から結晶、液晶から等方性融液、等方性融液から液晶にそれぞれ転移するときのそれぞれの転移温度を求めるときにも準用できるので、備考としてこのことを記述している。

2. 用語の意味 用語の意味は、ISO 3146 [Plastics—Determination of melting behaviour (melting temperature or melting range) of semi-crystalline polymers] (C) の場合と同様に国際熱分析連合 (International Confederation for Thermal Analysis : ICTA) の用語委員会で決めた定義に従った。しかし、明確な説明のないもの、説明の分かりにくいものについては十分な審議のうえ、実状に合って、分かりやすいように用語の意味を規定した。

ISO に規定のない階段状変化は、ガラス転移などの場合に、実際に DTA 又は DSC 曲線に現われる変化のことを考慮し、用語として採り上げ、規定した。

3. 試験片の状態調節 試験片の状態調節として、標準状態で調整する場合のほか、JIS 原案作成に先立って行ったアンケート調査の結果、原料ペレットを試験する必要性が大きかったので、(2) の一定の熱処理を行った後、融解温度を測定する方法、及び (3) の一定の熱処理を行った後、ガラス転移温度を測定する方法を ASTM D 3418 (Standard Test Method for Transition Temperatures of Polymers by Thermal Analysis) に準じ、ラウンドロビテスト (R. R. T.) を行った結果に基づいて、規定した。

この処理を行うことによって、試験片が受けてきた熱履歴をなくし、一定の条件の下で融液から結晶化させたものについての融解温度及び一定の条件の下で融液からガラス化させたものについてのガラス転移温度を求めることができるので、原材料そのものの特性を比較することなどに役立つ。

6. 試験片 各種のプラスチック及び種々の形態の材料 (原料ペレット、粉末、成形品、フィルム・シート、繊維・フィラメント、板材、棒材、管材など) を試験する必要がある (アンケート調査結果) ことと、試験片の容器への詰め方が、試験片相互、試験片と容器及び容器と容器ホルダーの熱接触に差を生じさせ、このことが測定結果に影響を及ぼすことを考慮して試験片についての規定をした。試験片を規定したような大きさに切断などを行うが、このとき材料の微細構造を変化させるような操作 (例えば、乳鉢ですりつぶす、引き伸ばすなど) をしてはならない。清浄にしたかみそり (剃刀) の刃などを用いて切断、薄く切る、打ち抜くなどを行うのがよい。フィラメントや繊維などに準用する場合で直径が 0.5 mm 以下のものは長さ方向に 0.5 mm 以下に切断する。

試験片は試験する材料を代表するものでなければならない。成形品から取り出した試験片を試験片の状態調節 (1) を行い、試験するような場合、試験片を取り出す位置によってその微細構造などが異なり、測定結果が異なってくる可能性がある。このような場合は当事者間で試験片を取り出す位置を決める必要がある。したがって、製品規格にこの試験方法を採用する場合には試験片を取り出す位置を決めておく必要がある。原材料そのものの特性がどのようなものであるかを試験する場合には、試験片の状態調節 3. (2) 及び 3. (3) の処理を行えばよい。

7. 温度の校正 ISO 3146 (C) では融解温度測定のための温度校正に ICTA—米国国立標準局 (National Bureau of Standards : NBS) の標準物質 GM 758 のうち  $\text{KNO}_3$ , In, Sn,  $\text{Ag}_2\text{SO}_4$  (いずれも粉末) を用いることになっている。これらの試料及び純度 99.99% 以上の純金属インジウム (In), すず (Sn), 鉛 (Pb), 亜鉛 (Zn) (太い線状又は板状物から薄片に切り出して試験片とする。) について、温度校正を行うために必要な基礎資料を得るための R. R. T. を行った。その結果、純度 99.99% 以上の純金属を用いる場合の方が GM 758 を用いる場合より測定者間の再現性などで勝っていた。特に  $\text{KNO}_3$ ,  $\text{KClO}_4$ ,  $\text{Ag}_2\text{SO}_4$  については Certificate 中に記載されている転移温度の平衡値と R. R. T. において各測定者が求めた値の平均値からのずれがやや大きかった。

また、著しく異なる値を報告している例や、転移を観測できなかった例もあった。この R. R. T. の結果及び GM 758 が入手しにくいことを考慮して、7. のように温度の校正の方法を規定した。

なお、GM 757 は  $-83 \sim +58^\circ\text{C}$  の間の標準物質 (1,2-Dichloroethane, Cyclohexane, Phenyl Ether, O-Terphenyl) であ

り、GM 754 はポリスチレンのガラス転移温度を利用した標準物質である。

## 8. 操作

8.1 試験片の質量 実際の試験の場合に合わせて、試験片の質量は、融解及び結晶化温度の測定の場合には約 5 mg、ガラス転移温度の場合には約 10 mg と規定した。ポリエチレンテレフタレートのようなプラスチックのように融解温度、結晶化温度及びガラス転移温度を測定するときは、融解温度及び結晶化温度を求める試験とガラス転移温度を求める試験には、それぞれに新しい試験片を使用する。

8.2 試験片の容器への詰め方 6. の規定によって作製した試験片を、試験片相互、試験片と容器、容器と容器ホルダーとの熱接触がよくなるように容器に詰め、繰返し性、再現性のある DTA 曲線又は DSC 曲線が得られるように、試験片の容器への詰め方を 8.2 のように詳細に規定した。

8.3 容器の装着 8.1 に記述しているように、試験片が多量の充てん剤を含む場合には、そのプラスチックの量が 5~10 mg になるようにする。この場合のように、試験片の量を多く必要とする場合には、もう一方の容器に  $\alpha$  アルミナ粉を詰めふたを固定したときの内容積が試験片を詰めふたを固定したときの内容積と同じ程度になるようにする。このようにすることで、試験片が転移を起こさないときの両容器の比熱容量が近づき、かつ、ふたを固定したときの形、大きさが同じになることで、容器と外部との熱の出入りが両容器間でバランスが取れ、良好な測定結果を得ることができる。

8.6 DTA 又は DSC 曲線の測定 (1) 加熱によって求める転移温度として融解温度について記述している。ポリエチレンテレフタレートのように結晶性ではあるが、結晶化速度の遅いプラスチックは、熔融状態から急冷した場合には、非結晶の状態になる。このような状態のプラスチックを加熱すると、ガラス転移温度より少し高い温度で結晶化を起こす。この現象を冷結晶化といい、この冷結晶化温度も測定することができる。

## 9. DTA 又は DSC 曲線の読み方

9.1 融解温度の求め方 図 1 において温度は左から右に高温になるように書くように規定した。

融解ピークが低温側のベースラインから外れる温度及び融解ピークが高温側のベースラインに戻る温度は R. R. T. の結果、ばらつきが大きかったので規定しなかった。

9.2 結晶化温度の求め方 図 2 において温度は左から右に高温になるように書くように規定した。

結晶化ピークが高温側のベースラインから外れる温度及び結晶化ピークが低温側のベースラインに戻る温度は R. R. T. の結果、ばらつきが大きかったので規定しなかった。

9.3 ガラス転移温度の求め方 図 3 において温度は左から右に高温になるように書くように規定した。この場合、実際の測定においては各ベースラインの延長した直線が平行にならないことがある。

ガラス転移の階段状変化部分の曲線が低温側のベースラインから外れる温度及びガラス転移の階段状変化部分の曲線が高温側のベースラインに戻る温度は R. R. T. の結果、ばらつきが大きかったので規定しなかった。

## 11. 報告 報告には DTA 曲線又は DSC 曲線を添付することが望ましい。

この規格原案作成に当たっての基礎調査を行った“有機・複合系新素材の試験・評価等補助事業報告、高分子の熱分析手順とデータ解析-JIS 化の基礎資料-財団法人 高分子素材センター”の R. R. T. によると、異なった測定者、異なった装置で測定された同じ試料の試験片についての測定結果は、融解温度及び結晶化温度の場合、3.0℃、ガラス転移温度の場合、4.0℃ 以内の一致が可能である。

主 務 大 臣：通商産業大臣 制定：昭和 62.10.1

官 報 公 示：昭和 62.10.3

原案作成協力者：財団法人 高分子素材センター

審 議 部 会：日本工業標準調査会 高分子部会（部会長 山口 章三郎）

この規格についての意見又は質問は、工業技術院標準部繊維化学規格課（〒100 東京都千代田区霞が関 1 丁目 3-1）へ連絡してください。

なお、日本工業規格は、工業標準化法第 15 条の規定によって、少なくとも 5 年を経過する日までに日本工業標準調査会の審議に付され、速やかに、確認、改正又は廃止されます。

Testing methods for Transition Temperatures of Plastics

JIS K 7121 -1987

Established on Oct. 1, 1987

Investigated by Japanese Industrial Standards Committee

Published by Japanese Standards Association

1-24, Akasaka 4-Chome, Minato-ku, Tokyo, 107 Japan

## **Japanese Industrial Standard**

### **Testing Methods for Transition Temperatures of Plastics**

K7121 -1987

#### **1. Scope of Application**

This standard prescribes testing methods for transition temperatures of plastics (melting temperatures, crystallizing temperatures, and glass transition temperatures).

##### **Note**

These methods can also be applied to measurements of crystallization and crystallization transition temperatures, and various transition temperatures measurements of plastics forming liquid crystals.

#### **2. Meaning of terms**

The meanings of major terms used in this standard are as follows as well as JIS K 6900 (Plastics Terminology).

##### **(1) Differential Thermal Analysis (DTA)**

A method for measuring the temperature difference between a test piece and a base material by a function of temperature while the test piece and the base material are changed according to the adjusted program.

Also, the base material refers to an empty container or a container including  $\alpha$  alumina.

## **(2) DTA Curve**

A curve drawn in the differential thermal analysis when a vertical axis is set as a temperature difference, and a horizontal axis is set as a temperature and time.

## **(3) Differential Scanning Calorimetry (DSC)**

A general name of the following two.

### **(a) Input Compensation Differential Scanning Calorimetry**

A method for measuring the difference of thermal energy per unit hour applied to the test piece and the base material by a function of temperature while the temperature of the test piece and the base material is changed according to the adjusted program.

### **(b) Heat Flux Differential Scanning Calorimetry**

A method for measuring the temperature difference between the test piece and the base material while the temperature of the test piece and the base material is changed according to the adjusted program.

At this time, the temperature difference between the test piece and the base material is proportional to the difference of the thermal energy input.

## **(4) DSC Curve**

A curve drawn in DSC when a vertical axis is set as an input difference of thermal energy per unit hour, which is applied to both a test piece and a base material, so that the temperatures of the test piece and the base material become same, and a horizontal axis is set as a temperature or time.

#### **(5) Baseline**

A DTA or DSC curve of a temperature area that does not generate a transition and reaction to the test piece.

Note

Generally, the curve is almost same with the curvature of a DTA curve or a DSC curve which is acquired by the measurement when an empty container is put in. In a narrow temperature area, it is sometimes considered as a straight line.

#### **(6) Peak**

In a DTA curve or a DSC curve, the portion from the part where the curve departs from a baseline to the part where the curve comes back to the baseline.

#### **(7) Stepwise change**

In a DTA curve or a DSC curve, the portion from the part where the curve departs from a baseline to the part where the curve goes to a new baseline.

Note

A DTA curve or a DSC curve of the portion where a transition and reaction is generated represents a peak, a stepwise change and their combined shape.

#### **(8) Peak Height**

A distance between an interpolated baseline and a peak, which is perpendicular to the horizontal axis.



Quoted Standards:

JIS K 6900 Plastic Terminology

JIS K 7100 State regulation of plastics and standard state of test rooms

JIS Z 8401 Integration method of numerical values

Corresponding International Standards: ISO 3146

Plastics-Determination of melting behavior (melting temperature or melting range) of semi-crystalline polymers

Related Standards: ASTM D 3418-82 Standard Test Method for Transition Temperatures of Polymers by Thermal Analysis

### 3. State regulation of test pieces

The state regulation of test pieces can be divided into three kinds according to measuring methods.

(1) When a transition temperature is measured by regulating in a standard state.

In principle, the test piece regulates more than 24 hours in the second grade of the standard temperature state of JISK 7100 (State regulation of plastics and standard state of test rooms) and the second grade of the standard humidity state (temperature:  $23 \pm 2^{\circ}\text{C}$  and relative humidity:  $50 \pm 5\%$ ). However, the state can be regulated according to agreed methods between concerned companies.

(2) After a certain heat treatment is conducted, if the melting temperature is measured, after the state regulation of (1), the test piece is put in a container of a DSC or DTA apparatus. And then it is melted by heating to the temperature which is higher by  $30^{\circ}\text{C}$  than the temperature at the end of the melting peak, and the temperature is kept for 10 min. After that, it is cooled by the cooling rate of  $5^{\circ}\text{C}$  or  $10^{\circ}\text{C}$  per minute to the temperature which is lower by at least about  $50^{\circ}\text{C}$  than the temperature at the transition peak (Refer to 8.6).

(3) After a certain heat treatment is conducted, if a glass transition temperature is measured, after the state regulation of (1), the test piece is put in a container of a DSC or DTA apparatus. If it is amorphous, it is heated to the temperature which is higher

by at least about 30°C than the temperature at the end of the glass transition, and if it is crystalline, it is heated to the temperature which is higher by at least about 30°C than the temperature at the end of the melting peak, then the respective temperature is kept for 10 min. After that, it is rapidly cooled to the temperature which is lower by about 50°C than the glass transition temperature (Refer to 8.6).

#### **4. Test Method**

One of the following is used as a test method.

##### **4.1 Differential Thermal Analysis**

##### **4.2 Differential Thermal Analysis**

- (1) Input Compensation Differential Scanning Calorimetry
- (2) Heat Flux Differential Scanning Calorimetry

#### **5. Apparatus and Instrument**

##### **5.1 DTA or DSC apparatus**

An apparatus, which has two container holders of same thermal capacity, and which is of a structure where heating and cooling are possible in the same heat exchange condition. In case of an input compensation DSC, an apparatus of a structure where a difference of thermal energy per unit hour, which is applied to the base material and the test piece, can be measured so that the temperatures of the test piece and the base material become same.

**(1) Heating speed**

10°C per min. and 20°C per min. should be risen. And the exactitude should be within  $\pm 0.5^\circ\text{C}$  per min.

**(2) Cooling speed**

5°C per min. or 10°C per min. should be fallen.

**(3) Gas inflow apparatus**

In a gas inflow apparatus, the circumference of the test piece should be of a structure that gas can flow in.

**(4) Container**

A container should be made of a material of high thermal conductivity, which is not eroded by the test piece.

**(5) Recorder**

A recorder should be able to automatically record a DTA curve or a DSC curve.

**(6) Noise level**

A noise level should be less than 1/10 of the height of the peak or the height of the stepwise change.

**5.2 Instrument**

Instruments are as follows.

**(1) Gas flowmeter**

A gas flowmeter should be able to measure a range of 10~50ml per minute.

**(2) Chemical balance**

The reciprocal sensitivity of a chemical balance should be more than 0.1mg.

## **6. Test piece**

If a diameter of the test piece or the length of each side is 0.5mm or less, it is used as it is. If it exceeds 0.5mm, it is cut off to be less than 0.5mm. If the thickness of sheets and films is 0.5mm or less, they are cut off to fit into a container. Things, which are sliced like molded materials and pellets, are sliced with the thickness of 0.5mm or less, and then they are cut off to fit into a container.

## **7. Correction of temperature**

The correction of temperature is conducted by pure substances of 99.99% or more degree of purity shown in the following table or GM-754, 757, 758 which are standard materials of International Conference for Thermal Analysis (ICTA) - National Bureau of Standards with the same gas flux and heating speed as those of a real test case. The temperature scale is corrected by interpolation, using extrapolation transition start temperature of pure substances of more than 2 kinds or standard materials which are close to the desired temperature. Oxidized layers are made on the surface of pure substances to be used. When a container is made of aluminum and pure substances are zinc, because there is a possibility that an alloy can be made when melted, only values when heating at the first time are used.

**Table. Melting point of pure substances**

Pure substance	Melting point (°C)
Indium	156.4
Tin	231.9
Lead	327.4
Zinc	419.5

## **8. Operation**

It is operated as follows.

### **8.1 Mass of test pieces**

When mass of test pieces is measured, in case of measuring melting and crystallization temperatures, about 5mg are picked up by a chemical balance, and in case of measuring glass transition temperatures, about 10mg are picked, and then they are measured up to 0.1mg unit.

Also, when test pieces include a great amount of fillers, the amount of the plastics should be 5~10mg.

### **8.2 How to fill test pieces in a container**

How to fill test pieces in a container is conducted as follows.

(1) If the diameter of a test piece or the length of each side is less than 0.5mm, the test piece is flatly and evenly put in a container, and then the test piece is fixed by putting a lid on the container. At this time, if the floor of the container is not formed flatly, by pressing the central part of the lid, the floor of the container should be made flat.

(2) In case of sheet-type and film-type pieces, a necessary amount of pieces are spread, and they are fixed by putting a lid on the container. At this time, when the floor of the container is not flat, the floor of the container should be made flat by pressing the central part of the lid.

(3) In case of sliced test pieces, which can fit into the container, the same method as that in case of sheet-type and film-type pieces is used.

Also, when test pieces are small, compared with the container, they are spread not to have a gap.

Note

The operation of these is important so as to have good thermal contacts between test pieces, test pieces and the container, and the container and the container holder.

### **8.3 Mounting of a container**

A container is mounted as follows. A container filling test pieces is mounted on one container holder. A container fixing a lid is mounted on the other container. However, where a great amount of test pieces is needed,  $\alpha$ -alumina powder can be filled as much as the volume of the same outward appearance as that of test pieces.

### **8.4 Flux of nitrogen gas**

The flux of nitrogen gas is set as appropriate values of the range of 10~50ml, and the inflow is continued until the end of the test, not changing the flux.

### **8.5 Regulation of sensitivity**

In case of sensitivity regulation, when the whole DTA and DSC curve is drawn, and the melting and crystallization temperatures are measured, the peak height is set to be more than 25% of the full scale of the recording paper.

In case of the glass transition temperature measurement, the difference of a step-wise change to a vertical axis direction is regulated to be more than at least 10% of the full scale of the recording paper.

### **8.6 Measurement of a DTA and DSC curve**

Measurement of a DTA and DSV curve is conducted by the following.

(1) When measuring melting temperatures, after the temperature, which is about 100°C lower than the melting temperature, is kept until the apparatus becomes stable, it is heated up to the temperature which is higher by 30°C than the temperature of the end of the melting peak with the heating rate of 10°C per min., and then a DTA or DSC curve is drawn.

Also, when a melting temperature is measured after the state regulation according to 3.(2), by making the apparatus stable just after the state regulation, it is heated up to the temperature which is higher by about 30°C with the rate of 10°C per min, and then a DTA or DSC curve is drawn.

(2) When crystallization temperatures are measured, it is heated up to the temperature which is higher by about 30°C than the temperature at the end of the melting peak in the operation of



(1), and the temperature is kept for 10 min. After that, it is cooled up to the temperature which is lower by about 50°C than the temperature at the end of the peak of crystallization with the cooling speed of 5°C per min. or 10°C per min., and then a DTA or a DSC curve is drawn.

Also, if it is difficult to determine a baseline of a low temperature side of the crystallization peak by a gradual, continuous crystallization, the test can be stopped.

(3) When measuring glass transition temperatures, after keeping the temperature which is lower by about 50°C than the transition temperature in advance until the apparatus becomes stable, it is heated up to the temperature which is higher by about 30°C than the temperature at the end of transition with the heating speed of 20°C per min., then a DTA or DSC curve is drawn.

Also, when measuring glass transition temperatures after regulating a state according to 3.(3), this operation is directly conducted just after the state regulation.

## **9. How to read a DTA or DSC curve**

The way to read a DTA or DSC curve is conducted as follows.

### **9.1 How to measure melting temperatures (Refer to Fig. 1.)**

The way to measure melting temperatures is as follows.

(1) Melting peak temperature ( $T_{pm}$ ) is set as the temperature at the melting peak.

(2) Extrapolation melting start temperature ( $T_{im}$ ) is set as the temperature at the intersection point between a straight line

that extended a baseline of a low temperature side to a high temperature side and a tangent line drawn at the point where the pitch of a curve of a low temperature side of a melting peak becomes the maximum.

(3) Extrapolation melting start temperature ( $T_{em}$ ) is set as the temperature at the intersection point between a straight line that extended a baseline of a high temperature side to a low temperature side and a tangent line drawn at the point where the pitch of a curve of a high temperature side of a melting peak becomes the maximum. When two or more melting peaks independently appear,  $T_{pm}$ ,  $T_{im}$  and  $T_{em}$  are measured for each peak. Also, where two or more peaks exist by overlapping of peaks,  $T_{im}$ , a plurality of  $T_{pm}$  and  $T_{em}$  are measured.

Also, when it is difficult to determine a baseline of a low temperature side by a gradual melting,  $T_{im}$  does not have to be measured.

#### **Figure 1. An example of find a melting temperature**

When there is one peak      When there are more than 2 peaks

Temperature °C

Temperature °C

### **9.2 How to measure crystallization temperatures (Refer to Fig. 2).**

How to measure crystallization temperatures is as follows.

(1) Crystallization peak temperature ( $T_{pc}$ ) is a temperature of a melting peak.

(2) Extrapolation crystallization start temperature ( $T_{ic}$ ) is a temperature at the intersection point between a straight line that extended a baseline of a high temperature side to a low temperature side and a tangent line drawn at the point where the pitch of a curve of a high temperature side of a crystallization peak becomes the maximum.

(3) Extrapolation crystallization start temperature ( $T_{ec}$ ) is a temperature at the intersection point between a straight line that extended a baseline of a low temperature side to a high temperature side and a tangent line drawn at the point where the pitch of a curve of a low temperature side of a crystallization peak becomes the maximum.

When two or more melting peaks independently appear,  $T_{pc}$ ,  $T_{ic}$  and  $T_{ec}$  are measured for each peak. Also, when it is difficult to determine a baseline of a low temperature side by a gradual melting,  $T_{ec}$  does not have to be measured.

**Fig. 2 An example of crystallization temperatures**

When there is one peak      When there are more than 2 peaks

Temperature °C

Temperature °C

### 9.3 How to measure glass transition temperatures (Refer to Fig. 3)

The way to measure glass transition temperatures is as follows.

(1) Middle point glass transition temperature ( $T_{mg}$ ) is set as the temperature at the intersection point between a straight line at an equal distance to a vertical axis direction from an extended straight line of each base line and a curve at the part of the stepwise change of the glass transition.

(2) Extrapolation glass transition start temperature ( $T_{ig}$ ) is set as the temperature at the intersection point between a straight line that extended a baseline of a low temperature side to a high temperature side and a tangent line drawn at the point where the pitch of a curve of a stepwise change part of a glass transition becomes the maximum.

(3) Extrapolation glass transition start temperature ( $T_{eg}$ ) is set as the temperature at the intersection point between a straight line that extended a baseline of a high temperature side to a low temperature side and a tangent line drawn at the point where the pitch of a curve of a stepwise change part of glass transition becomes the maximum.

Also, when peaks appear at the high temperature side of a stepwise change, the extrapolation glass transition close temperature ( $T_{eg}$ ) is set as the temperature at the intersection point between a straight line that extended a baseline of a high temperature side to a low temperature side and a tangent line drawn at the

point where the pitch of a curve of a high temperature side of a peak becomes the maximum.

**Fig. 3 An example of how to determine  
glass transition temperatures**

When it is a stepwise change

When a peak appears at the  
high temperature side of a  
stepwise change

Temperature °C

Temperature °C

#### **10. Integration method of numerical values**

Temperatures are integrated by a determination method of JIS Z 8401 (Integration method of numerical values) by measuring temperatures down to one decimal place.

#### **11. Report**

The following are included in a report as necessary.

- (1) Kinds of tested materials
- (2) Name of a manufacturer after a test and the form
- (3) Shape, size and mass of test pieces
- (4) State regulation of test pieces
- (5) Inflow speed of nitrogen gas
- (6) Heating speed, cooling speed, measurement start temperature and close temperature
- (7) Pure substances and standard materials used for temperature regulation

(8) Melting temperature ( $T_{im}$ ,  $T_{pm}$ ,  $T_{em}$ )

(9) Crystallization temperature ( $T_{ic}$ ,  $T_{pc}$ ,  $T_{ec}$ )

(10) Glass transition temperature ( $T_{ig}$ ,  $T_{mg}$ ,  $T_{eg}$ )

(11) Date of tests

(12) Other necessary things

JIS K 7121 -1987

Testing methods for Transition Temperatures of Plastics  
Commentary

Background of the standard establishment and deliberation  
process

Because the standardization is being delayed on testing methods on plastic-related thermal characteristics, there is a great need for standardization of testing methods to evaluate these characteristics.

In these circumstances, in 1986, Agency of Industrial Science and Technology commissioned Polymer Material Center Foundation to make a draft of industrial standards for testing methods on thermal characters of plastics. And a committee for writing the draft was established, and four Japanese Industrial Standards (Draft) were prepared.

The Japanese Industrial Standards(Draft) were deliberated by Japanese Industrial Standards Committee, and after decision of Polymer Department of Japanese Industrial Standards Committee (Department Head: Yamaguchi Shozaburo), held in Jun. 1987, the following four standards were established as Japanese Industrial Standards on Oct. 1<sup>st</sup>, 1987.

JIS K 7120 (Thermogravimetric measurement method of plastics)  
JIS K 7121 (Transition temperature measurement method of

plastics)

JIS K 7122 (Transition heat measurement method of plastics)

JIS K 7123 (Specific heat capacity measurement method of plastics)

#### **Draft-writing committee structure**

Name

Position

Kaneami hisaaki      Fiber Polymer Material Lab., Agency of  
Industrial Science and Technology (AIST)  
(Committee Head)

Miyazaki masahiro      Department of Trade and Industry

Ikeda yoshiki Standards Department, AIST

Hatakeyama rituko      Fiber Polymer Material Lab., AIST

Takahashi takako Oosaka Industrial science and technology Lab.,  
AIST

Ozawa takeo Electronic Technology General Lab., ASIT

Shibasaki yashio      Science dep. Saitama University

Nakamura kunio      Kanagawa Industrial Research Institute

Nakamura shigeo      Engineering Dep. Kanagawa University Faculty  
of Engineering

Kaneko tsuyoshi Japan Electrical Safety & Environment Technology  
Laboratories

Ichihara shouji      Mitsubishi Petrochemical Co.,Ltd.

Momota michihiko      Rigaku Corporation

Totoki minoru      Toray Research Center Inc.

Saitou kazuta      Kanegafuchi Chemical Ind. Co.,Ltd.



Kawasaki hironori Tokuyama Soda Co.,Ltd.

Watanabe syuji Tosoh Corporation

Imamura shigeyoshi Mitsubishi Plastics Inc.

Teramoto yoshihiko Seiko Seiko Instruments Inc.

Okino takayuki Shimadzu Corporation

Kishi Akashi ULVAC-RIKO, Inc.

Tsukano takashi (Higuchi hideyoshi) Japan High Polymer Center

The following is the supplementary information for applying this standard (Each article number is same with that of the standard) .

## **1. Scope of Application**

This standard regulates how to take the melting temperature, crystallization temperature and glass transition temperature as a measuring method for the transition temperature of plastic. However, since the method described hereinafter may be applied to such cases that a variety of temperatures, that is, respective transition temperatures are taken when being transited from crystal to crystal, from the crystal of plastic forming a liquid crystal to the liquid crystal (anisotropic melt), from the liquid crystal to the crystal to an isotropic melt, and from the isotropic melt to the liquid crystal, the method is described as a remark.

## **2. Meaning of terms**

The meanings of terms have followed the definition determined by the terminology committee of the International Confederation

for Thermal Analysis: ICTA) similarly to the case of ISO 3146 (Plastics-Determination of melting behavior (melting temperature or melting range) of semi-crystalline polymers) (C). However, the meaning has been regulated to be easily understood suitably to the status after what is difficult to definitely explain and what is difficult to understand the explanation are sufficiently deliberated.

The stepwise change not regulated in ISO is adopted and prescribed as a term which considering a curve shown in DTA or DSC curve shape in case of the glass transition.

### **3. State regulation of test pieces**

When the state of a test piece is adjusted as standard state, since testing an ingredient pellet is considerably required, as the result of the enquete survey executed prior to the preparation of a JIS draft, the method for measuring the melting temperature after the constant heat processing in (2) and the method for measuring the glass transition temperature has been prescribed based on the result executing the round robin test (R.R.T) according to ASTM D 3418 (Standard Test Method for Transition Temperatures of Polymers by Thermal Analysis). By removing the heat history having been applied to the test piece through the implementation of the processing, there can be taken the melting temperature for the crystallization from a solution under a predetermined condition and the glass transition temperature for the vitrification from a solution under a predetermined

condition.

## **6. Test piece**

The test piece is regulated by considering that testing a variety of plastics and materials (ingredient pellet, powder, molded product, film and sheet, fiber and filament, plate material, sealing material, tubing material, etc.) is required as the result of the enquete survey and the difference between the thermal contact of test pieces, a test piece and a container, and a container and a container holder has an effect on the test piece. When the test piece is cut to the regulated size, the work that may cause the minute structure of the material (for example, grinding or extending by a mortar) must not be performed. It is preferable to perform the cutting, thinning and punching by using a clean blade of razor. If the test piece is applied to the filament or fiber, the test piece of 0.5mm or less in diameter is longitudinally cut to 0.5mm or less.

The test piece must be one representing the tested materials. In case that the test is executed after the state of the test piece cut from the molded product has been adjusted (1), the minute structure depends on the position cutting the test piece, so that the measurement result may be different. In this case, the parties concerned have to determine the position cutting the test piece. In case that the raw material is tested in relation to its own characteristic, adjusting the state of the test piece such as the processes in 3.(2) and 3(3) is performed.

## 7. Correction of temperatures

KNO<sub>3</sub>, In, Sn and Ag<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> (constituted by powder) out of the standard material GM 758 of ICTA - National Bureau of Standards L NBS must be used for the temperature correction for measuring the melting temperature in ISO 3146(C). The R.R.T. has been performed for the sake of acquiring the basic material required for the temperature correction of their specimens, and In, Sn, Pb and Zn which are pure metals of 99.99% or higher (Pieces thinned from thick line-shaped or plate-shaped material are used as the test piece). As the result, using the pure metals with the purity degree of 99.99% or higher was more excellent than using the GM 758 in reproducibility between measurers. In particular, the difference between the parallelism value of the transition temperature described in the certificate and the average value each measurer has taken in the R.R.T. was slightly larger in relation to KNO<sub>3</sub>, KClO<sub>4</sub> and Ag<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>. In addition, remarkably different value may have been reported or the transition cannot have been observed. The method for correcting the temperature is regulated by considering that it is difficult to obtain the result of the R.R.T. and the GM 758.

Besides, GM 757 is the standard materials (1,2-Dichloroethane, Cyclohexane, Phenyl Ether, O-Terphenyl) of -83°C to +58°C and GM754 is the standard material using the glass transition temperature of polystyrene.

## **8. Operation**

### **8.1 Mass of test pieces**

The mass of test piece is regulated to approximately 5mg in case of measuring the melting temperature and crystallization temperature and to approximately 10 mg in case of measuring the glass transition temperature under the actual test condition. A new test piece is used for the test for taking the melting temperature and crystallization temperature, and the glass transition temperature when the melting temperature, crystallization temperature and glass transition temperature are measured like plastic such as polyethyleneterephthalate.

### **8.2 How to fill test pieces in a container**

The method filling the test piece has been specifically regulated as described in 8.2 so that a DTA curve or DSC curve with repetitiveness and reproducibility can be achieved by filling the test piece manufactured in accordance with the regulation of 6. so that the thermal contact of test pieces, a test piece and a container, and a container and a container holder are elevated.

### **8.3 Mounting of a container**

As described in 8.1, the amount of plastic is set to 5 to 10mg in case that the test piece includes a large quantity of fillers. As in this case, if plenty of test pieces are required, the inner volume in case of fixing a lid by filling  $\alpha$  alumina powder in the other container must be as larger as the that in case of fixing

the lid by filling test pieces. Accordingly, when the comparison volumes of both containers comes close to each other when the test piece is not transited, and the shape and size is the same when the lid is fixed, the flow of the heat between the container and the outside is balanced between both containers, so that the excellent result can achieved.

#### **8.6 Measurement of a DTA or a DSC curve**

(1) The melting temperature is described as the transition temperature taken by heating. The plastic which has the low crystallization speed in spite of crystalline material like polyethyleneterephthalate is converted to non-crystalline material when quickly cooled in the melting state. If the plastic under such state is heated, the crystallization occurs at the temperature slightly higher than the glass transition temperature. This phenomenon represents the crystallization and this cold crystallization temperature also can be measured.

### **9. How to read a DTA or a DSC curve**

#### **9.1 How to measure melting temperatures**

In Fig. 1, it is stipulated that temperatures are written to become higher as they are written from the left to the right.

As the result of R.R.T., because there was a big deviation, the temperature, where the melting peak is departed from the baseline of the low temperature side, and the temperature, where the melting peak goes back to the baseline of the high temperature side, are not stipulated.

## **9.2 How to measure crystallization temperatures**

In Fig. 2, it is stipulated that temperatures are written to become higher as they are written from the left to the right.

As the result of R.R.T., because there was a big deviation, the temperature, where the crystallization peak is departed from the baseline of the high temperature side, and the temperature, where the crystallization peak goes back to the baseline of the low temperature side, are not stipulated.

## **9.3 How to measure glass transition temperatures**

In Fig. 3, it is stipulated that temperatures are written to become higher as they are written from the left to the right. In this case, in a real measuring, it can happen that extended straight lines of each baseline are not parallel.

As the result of R.R.T., because there was a big deviation, the temperature, where the curve at the stepwise change portion of glass transition is departed from the baseline of the low temperature side, and the temperature, where the curve at the stepwise change portion of glass transition goes back to the baseline of the high temperature side, are not stipulated.

## **11. Report**

Reports preferably attach a DTA curve or a DSC curve.

In writing this standards draft, according to R.R.T in an assistant business report such as examination and evaluation of organic and polymer new materials, polymer thermal procedures and data analysis (basic data of JIS standardization) by Polymer

Material Center Foundation, which conducted the basic investigation, the results of measuring test pieces of same test samples can be agreed within 3.0°C in case of melting temperatures and crystallization temperatures, and 4.0°C in case of glass transition temperatures.



Competent Minister : Trade and Industry Minister

Establishment: 1987.10.1

Official Notice : 1987.10.3

Cooperator of Draft-writing : Polymer Material Center Foundation

Deliberation Dep. : Polymer Dep., Japanese Industrial Standards  
Committee (Dep. Head: Shozaburo Yamaguchi)

For any comments or questions on this standard, please contact  
Fiber Chemistry Standard Sec., Standards Dep., ASIT (1-3-1  
Kasumigaseki, Chiyoda-ku, Tokyo 100, Japan).

Also, Japanese Industrial Standards are deliberated at least up  
to the date when 5 years pass by according to Article 15 of  
Industrial Standardization Laws, and then they are quickly  
confirmed, revised or abolished.

**This Page is Inserted by IFW Indexing and Scanning  
Operations and is not part of the Official Record**

**BEST AVAILABLE IMAGES**

Defective images within this document are accurate representations of the original documents submitted by the applicant.

Defects in the images include but are not limited to the items checked:

- ☒ **BLACK BORDERS**
- ☐ **IMAGE CUT OFF AT TOP, BOTTOM OR SIDES**
- ☐ **FADED TEXT OR DRAWING**
- ☐ **BLURRED OR ILLEGIBLE TEXT OR DRAWING**
- ☐ **SKEWED/SLANTED IMAGES**
- ☐ **COLOR OR BLACK AND WHITE PHOTOGRAPHS**
- ☐ **GRAY SCALE DOCUMENTS**
- ☐ **LINES OR MARKS ON ORIGINAL DOCUMENT**
- ☐ **REFERENCE(S) OR EXHIBIT(S) SUBMITTED ARE POOR QUALITY**
- ☐ **OTHER:** \_\_\_\_\_

**IMAGES ARE BEST AVAILABLE COPY.**

**As rescanning these documents will not correct the image problems checked, please do not report these problems to the IFW Image Problem Mailbox.**